

Liquid samples extraction, minimising the requirement for solvents

Publication number: DE19525771

Publication date: 1996-03-28

Inventor: MURPHY GREGORY E (US)

Applicant: HEWLETT PACKARD CO (US)

Classification:

- International: G01N1/00; G01N1/10; G01N1/34; G01N30/00; G01N30/04; G01N30/08; G01N30/12; G01N30/18; G01N30/02; G01N30/06; G01N30/16; G01N30/24; G01N1/00; G01N1/10; G01N1/34; G01N30/00; (IPC1-7): G01N1/28; B01D15/08; G01N30/08

- european: G01N1/34B; G01N30/08

Application number: DE19951025771 19950714

Priority number(s): US19940306551 19940915

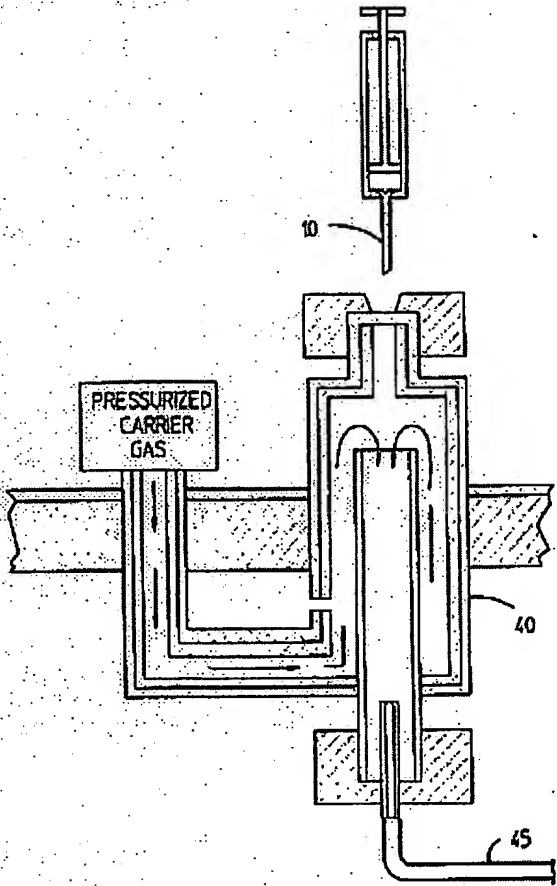
Also published as:

US5565622 (A1)
JP8094597 (A)

Report a data error here

Abstract of DE19525771

A process and assembly extracts components from a solid phase from a liquid sample (55) with a hypodermic needle. The liquid sample is held in a vessel (50) and drawn through a hollow needle (10) the inner face (25) of which is coated with a stationary phase (30). The novelty is that the process incorporates the following steps: (a) introduction of the needle (10) into the sample vessel (50); (b) removal of liquid sample (55) into the needle cavity, allowing the sample to be part absorbed by the stationary phase coating (30), followed by ejection and recovery of liquid sample residue; (c) insertion of the needle (10) into the injection inlet of a chromatography system (101) and thermal de-sorption of the of the relevant components form the stationary phase into the injection inlet (40).



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 195 25 771 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
G 01 N 1/28
G 01 N 30/08
B 01 D 15/08

②① Aktenzeichen: 195 25 771.5
②② Anmeldetag: 14. 7. 95
④③ Offenlegungstag: 28. 3. 96

DE 195 25 771 A 1

③⑩ Unionspriorität: ③② ③③ ③①
15.09.94 US 306551

⑦① Anmelder:
Hewlett-Packard Co., Palo Alto, Calif., US

⑦④ Vertreter:
Schoppe, F., Dipl.-Ing.Univ., Pat.-Anw., 82049 Pullach

⑦② Erfinder:
Murphy, Gregory E., Erial, N.J., US

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Feststoff-Phasen-Extraktion mit reduziertem Lösungsmittel

⑤⑦ Es wird ein Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion interessierender Komponenten von einer flüssigen Probe geschaffen, welches eine Spritze verwendet, bei der die innere Oberfläche der Spritzennadel mindestens teilweise mit einer stationären Phase beschichtet ist, derart, daß das Ansaugen der Probe in die Nadel die Extraktion von interessierenden Komponenten zur Folge hat. Ein Ansaugen eines Lösungsmittels kann zur direkten Injektion der interessierenden Komponenten verwendet werden. Die interessierenden Komponenten können ebenfalls ohne Lösungsmittel durch thermische Desorption injiziert werden.

DE 195 25 771 A 1

Die Erfindung bezieht sich allgemein auf die Vorbereitung von Proben zum Einführen in einen Gaschromatographen. Insbesondere bezieht sich die Erfindung auf ein verbessertes Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion (SPE; SPE = Solid Phase Extraction) interessierender Komponenten von einer flüssigen Probe.

Die Chromatographie ist ein bevorzugtes Verfahren zur Analyse von Proben. Insbesondere ist die Gaschromatographie besonders gut für Umgebungsproben geeignet, da Verunreinigungen und Verunreinigungsstoffe in den meisten Umgebungen keine komplexen Moleküle sind. Komplexere Moleküle erfordern die Verwendung der superkritischen Fluid-Chromatographie oder Flüssig-Chromatographie. Vor dem Einführen einer Probe in ein chromatographisches Gerät muß die Probe derart vorbereitet werden, daß die interessierenden Komponenten aus der Probe extrahiert werden können.

Die Feststoff-Phasen-Extraktion (SPE) ist eine Technik, die eine Durchflußkammer verwendet, die eine große Anzahl von kleinen inerten Quarzpartikeln enthält, von denen jeder mit einem Material mit stationärer Phase beschichtet ist. Die flüssige Probe wird durch die Kassette gespült, und die interessierenden Komponenten diffundieren in die Beschichtung mit stationärer Phase ein. Ein Lösungsmittel mit einem hohen Löslichkeitsfaktor für die interessierenden Komponenten wird dann durch die Kassette gespült, wodurch die interessierenden Komponenten für eine Analyse herausgelöst und weggetragen werden. Das Prepstation-System 7686 von Hewlett-Packard ist ein Beispiel für ein System, das eine vollautomatisierte SPE schafft, einschließlich des Filterns, Heizens und Verdunstens. Nachdem die Probenvorbereitung vollendet ist, sind die interessierenden Komponenten typischerweise in einem Lösungsmittel gelöst und temporär in einem Probengefäß gespeichert. Eine Spritze wird typischerweise verwendet, um das Lösungsmittel, das die interessierenden Komponenten enthält, anzusaugen, und um dieselben in eine geeignete chromatographische Vorrichtung zu injizieren. Die Spritze kann manuell oder automatisch unter Verwendung einer automatischen Injektionsvorrichtung betrieben werden. Siehe beispielsweise das US-Patent Nr. 4,615,226.

Eine Technik zum ausführen der Feststoff-Phasen-Mikro-Extraktion (SPME; SPME = Solid Phase Micro-extraction) ohne die Verwendung eines Lösungsmittels ist in der internationalen Anmeldung Nr. PCT/CA91/00108 offenbart. Eine feste Quarzglasfaser, die mit einer Sekundärphase beschichtet ist, ist an den Kolbenmechanismus einer Standardspritze derart angebracht, daß die Faser aus dem Inneren der hohlen Spritzenadel herausgezogen werden kann. Die Nadel wird durch eine Trennwand in ein Gefäß eingeführt. Der Kolben wird derart herabgedrückt, daß sich die Faser in die Probe erstreckt, derart, daß die interessierenden Komponenten in die Beschichtung mit stationärer Phase eindiffundieren, bis ein Gleichgewicht erreicht ist. Daraufhin wird die Faser in die Nadel und die Nadel aus dem Probengefäß zurückgezogen. Ein durchgehendes Mischen der Probe während des Diffusionsschrittes verkürzt die für das Gleichgewicht benötigte Zeitdauer. Die Nadel wird dann derart durch eine Trennwand in den Injektionseinlaß eines Gaschromatographen eingeführt, daß die interessierenden Komponenten daraufhin thermisch desorbiert und auf die Säule kryofokussiert werden.

Die Menge der interessierenden Komponenten, die absorbiert werden, steht im direktem Verhältnis zu dem Oberflächenbereich und der Dicke der stationären Phase. Eine Erhöhung der Filmdicke zur Erhöhung der Kapazität weist den schädlichen Effekt des Verlangsamens der Absorptionsrate auf. Somit stellt die begrenzte Flexibilität bezüglich der Filmdicke ein Problem der SPME dar. Die SPME ist aufgrund der inhärenten Zerbrechlichkeit des Quarzglases, wenn sie durch eine Spritzenadel herausgezogen wird, problematisch. Ferner ist dieselbe problematisch, da die Beschichtung mit stationärer Phase auf der äußeren Oberfläche des Quarzglases ungeschützt ist, wenn es herausgezogen wird.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, Verfahren und eine Vorrichtung zu schaffen, wodurch es ermöglicht wird, den Lösungsmittelbedarf bei der Probenvorbereitung einer Feststoff-Phasen-Extraktion zu reduzieren oder vollständig zu beseitigen.

Diese Aufgabe wird durch Verfahren gemäß Anspruch 1 und 5 und durch eine Vorrichtung gemäß Anspruch 7 gelöst.

Die Erfindung stellt ein vereinfachtes Verfahren zur Feststoff-Phasenextraktion von interessierenden Komponenten dar, bei dem eine Spritze verwendet wird, wobei die innere Oberfläche der Kanüle oder Nadel derselben mindestens teilweise mit einer stationären Phase beschichtet ist. Die Erfindung kann manuell mit einer Spritze, die typischerweise für manuelle Injektionen verwendet wird, oder automatisch mit einer automatischen Injektionsvorrichtung, bei der die Spritze eine Nadel aufweist, die mit einer stationären Phase beschichtet ist, durchgeführt werden.

Bei einem ersten Ausführungsbeispiel der vorliegenden Erfindung, das für manuelle Anwendungen geeignet ist, wird die Nadel in ein Probengefäß, das eine flüssige Probe mit interessierenden Komponenten enthält, eingeführt. Eine Menge der Probe wird durch die Nadel in den Behälter der Spritze angesaugt und dann zurück in das Probengefäß gespritzt. Der Prozeß des Ansaugens und des Spritzens der Probe wird fortgesetzt, bis die interessierenden Komponenten in die Beschichtung mit stationärer Phase auf der inneren Oberfläche der Nadel eindiffundieren und vorzugsweise ein Gleichgewicht erreicht ist. (Ein schnelles Ansaugen und Spritzen kann durchgeführt werden, um optional sicherzustellen, daß die interessierenden Komponenten die Beschichtung mit stationärer Phase kontaktieren, und um einen Mischvorgang der Probe in dem Probengefäß zu schaffen, um die für das Gleichgewicht benötigte Zeit zu minimieren.) Ein abschließender Spritzstoß spritzt im wesentlichen alles von der Probe zurück in das Probengefäß. Die Nadel wird dann von dem Probengefäß zurückgezogen und direkt in einen Injektionseinlaß eines chromatographischen Gerätes für eine Injektion vom thermischen Desorptionstyp eingeführt.

Bei einem zweiten Ausführungsbeispiel der vorliegenden Erfindung, das für eine direkte Injektion geeignet ist, wird eine Lösungsmittelmenge, die ausreicht, um die Beschichtung mit stationärer Phase zu bedecken, von dem Lösungsmittelgefäß angesaugt. Die interessierenden Komponenten desorbieren von der Beschichtung mit stationärer Phase in das Lösungsmittel. Da eine relativ kleine Lösungsmittelmenge verwendet wird, ist die Konzentration der interessierenden Komponenten sehr hoch. Die Nadel wird dann für eine Injektion in den Injektionseinlaß eines chromatographischen Gerätes eingeführt.

Bei einem dritten Ausführungsbeispiel der vorliegen-

den Erfindung, das für die vollautomatische Extraktion und Injektion geeignet ist, wird eine automatische Injektionsvorrichtung mit einer Nadel, die mit einer stationären Phase beschichtet ist, und einer Probengefäß-Tablettanordnung (hierin nachfolgend "Tablett" genannt) zum Weiterschalten eines Probengefäßes in eine Position unter der Injektionsnadel verwendet. Die automatische Injektionsvorrichtung führt die Nadel in das Probengefäß ein und saugt die Probe in den Vorratsbehälter der Spritze. Die Probe wird dann in das Probengefäß zurückgespritzt. Dieser Prozeß wird einige Male wiederholt, bis die interessierenden Komponenten in die Beschichtung mit stationärer Phase eindiffundieren. Danach wird die Probe vollständig aus der Spritze gespritzt.

Die interessierenden Komponenten können unter Verwendung bekannter Techniken, wie z. B. der thermischen Desorption oder der Kryofokussierung, injiziert werden. Alternativ kann die Nadel in ein Lösungsmittelgefäß gesenkt werden, um ausreichend Lösungsmittel anzusaugen, um die Beschichtung mit stationärer Phase in der Nadel zu bedecken. Nach dem Abwarten einer Zeitdauer, die ausreichend lang ist, daß die interessierenden Komponenten in der Beschichtung in das Lösungsmittel desorbieren können, wird das Lösungsmittel, das die interessierenden Komponenten enthält, in den Injektionseinlaß eines chromatographischen Gerätes gespritzt.

Daher ist es ein Merkmal und ein Vorteil der Erfindung, eine flexible Extraktionstechnik zu schaffen, die sowohl mit der thermischen Desorption als auch der direkten Injektion von hochkonzentrierten interessierenden Komponenten kompatibel ist.

Ein Vorteil der Erfindung ist der für die direkte Injektion benötigte, relativ kleine Lösungsmittelbedarf.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung ist die Tatsache, daß die vorliegende Erfindung sowohl manuell durchgeführt werden kann, wobei nur eine Beschichtung mit stationärer Phase an mindestens einem Teil der inneren Oberfläche der Nadel hinzugefügt werden muß, als auch daß sie durch ein automatisches Injektionsgerät mit einer kleinen Modifizierung der Injektionssequenz durchgeführt werden kann. Der Innendurchmesser und die Länge der Nadel können variiert werden, um eine genaue Variation der Beschichtungsmenge mit stationärer Phase zu erlauben.

Die Erfindung kann in einem robusten Entwurf durchgeführt werden, wodurch die stationäre Phase auf der inneren Oberfläche der Spritzenadel geschützt und positioniert ist.

Bevorzugte Ausführungsbeispiele der vorliegenden Erfindung werden nun bezugnehmend auf die beiliegenden Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine Draufsicht der Erfindung, die eine Spritze darstellt, bei der die innere Oberfläche der Nadel derselben eine Beschichtung mit stationärer Phase aufweist.

Fig. 2 eine Draufsicht der Erfindung, die eine Spritze und einen Injektionseinlaß eines Gaschromatographen darstellt.

Fig. 3 eine Draufsicht der Erfindung, die eine automatische Injektionsvorrichtung darstellt, die eine Nadel verwendet, bei der die innere Oberfläche eine Beschichtung mit einer stationären Phase aufweist.

Die vorliegende Erfindung kann auf eine manuelle Art und Weise, wie in Fig. 1 dargestellt ist, durchgeführt werden, wobei eine Injektionsspritze 5 eine hohle Injektionsnadel 10, einen Vorratsbehälter 15 und einen Kolben 20 aufweist, der gleitfähig innerhalb des Vorratsbe-

hälters 15 befestigt ist. Der Kolben 20 weist einen Handgriff 22 auf, damit die Spritze manuell betätigt werden kann. Die Nadel 10 besitzt eine innere Oberfläche 25, die mit einer Beschichtung 30 mit stationärer Phase beschichtet ist. Bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel ist die gesamte innere Oberfläche der Nadel beschichtet. In Abhängigkeit von der Beschichtung mit stationärer Phase kann jedoch eine teilweise Beschichtung verwendet werden, solange eine ausreichende Extraktion der interessierenden Komponenten geschaffen wird.

Die Erfindung schafft ein Probengefäß 50, das eine flüssige Probe 55 enthält. Die Injektionsnadel wird in das Probengefäß 50 eingeführt, und die Probe 55 wird in das Vorratsgefäß 15 angesaugt und in das Probengefäß 50 zurückgespritzt. Das Ansaugen und Zurückspritzen wird wiederholt, bis die interessierenden Komponenten die Möglichkeit haben, in eine Beschichtung 30 mit stationärer Phase einzudiffundieren. Das wiederholte Zurückspritzen in das Probengefäß kann mit einem schnellen Spritzstoß durchgeführt werden, um das Rühren und Mischen der verdünnten, angesaugten Probe mit der restlichen Probe in dem Probengefäß zu unterstützen. Ein schneller Ansaugstoß kann auch dazu verwendet werden, den Kontakt der Probe mit der inneren Oberfläche zu maximieren. Sobald die interessierenden Komponenten in die Schicht eindiffundiert sind und ein Gleichgewichtszustand erreicht ist, wird die Nadelspitze über den Pegel der Probe in dem Probengefäß angehoben, und mehrere schnelle Spritzstöße werden verwendet, um sicherzustellen, daß keine Probe in der Nadel zurückbleibt.

Die Nadel 10 wird in den Injektionseinlaß 40 eines analytischen Gerätes eingeführt, wie in Fig. 2 dargestellt ist, derart, daß die interessierenden Komponenten, die vorher in die Beschichtung 30 mit stationärer Phase absorbiert worden sind, mittels bekannter Techniken thermisch desorbiert werden können. Insbesondere wird die Temperatur in dem Injektionseinlaß 40 bei einer Temperatur gehalten, die höher als der höchste Siedepunkt der interessierenden Komponenten ist, damit sie aus der Beschichtung mit stationärer Phase desorbieren. Kryotrapping, eine bekannte Technik zur Abkühlung eines stromabwärts gerichteten Abschnitts des Injektionseinlasses 40, kann verwendet werden, um alle interessierenden Komponenten am Kopf der Säule 45 vor der tatsächlichen chromatographischen Trennung einzufangen.

Bei einem alternativen Ausführungsbeispiel kann eine direkte Injektion erreicht werden, indem die Nadel 10 in ein Lösungsmittelgefäß 60, das ein Aufnahme-Lösungsmittel 65 enthält, derart eingeführt wird, daß eine kleine Lösungsmittelmenge angesaugt wird, die ausreichend ist, um die Nadel 10 zu füllen, ohne in den Vorratsbehälter 15 zu fließen. Die in der Beschichtung 30 abgelagerten interessierenden Komponenten desorbieren in das Lösungsmittel. Da in der Nadel lediglich ein sehr kleines Volumen an Lösungsmittel vorhanden ist, ist die Konzentration der desorbierten interessierenden Komponenten sehr hoch. Die Nadel 10 kann erhitzt werden, um die Desorption zu unterstützen. Die Nadel 10 wird dann vollständig aus dem Lösungsmittelgefäß 60 zurückgezogen, und für eine Analyse wird die Spritze 5 dann zum Injizieren des Lösungsmittels, das die interessierenden Komponenten enthält, in einen Injektionseinlaß eines analytischen Gerätes verwendet.

Wenn die Verunreinigung des Lösungsmittels, das in dem Lösungsmittelgefäß zurückbleibt, ein Problem darstellt, sollte ein hohes Rückgewinnungsgefäß verwendet

werden, das nur eine kleine Menge der Probe enthält. Ein korrektes Reinigen des Lösungsmittel- und/oder Probengefäßes kann das Spülen mit deionisiertem Wasser, Methanol oder einem geeigneten unpolaren Lösungsmittel vor der Verwendung umfassen.

Fig. 3 stellt ein alternatives Ausführungsbeispiel dar, bei dem eine automatische Injektionsvorrichtung 100, die oben auf einem Gaschromatographen 101 befestigt ist, zum automatischen Durchführen der Probenvorbereitung derart verwendet wird, daß direkt in den Injektionseinlaß 102 Injektionen durchgeführt werden können. Die automatische Injektionsvorrichtung 100 weist die Spritze 5 auf, die vorher für manuelle Injektionen beschrieben worden ist. Insbesondere besitzt die Spritze 5 eine hohle Injektionsnadel 10, einen Vorratsbehälter 15 und einen Kolben 20, der gleitfähig innerhalb des Vorratsbehälters 15 befestigt ist. Die Injektionsnadel 10 weist eine innere Oberfläche auf, die mit einer Beschichtung mit stationärer Phase beschichtet ist.

Ein Tablett 110 mit drei Positionen schaltet ein Probengefäß 150 in eine Position unterhalb der Injektionsnadel 10 weiter. Die Nadel 10 wird dann in das Probengefäß eingeführt und die Probe 55 wird in die und aus der Nadel gesaugt. Nachdem den interessierenden Komponenten die Möglichkeit geboten wurde, in die Beschichtung mit stationärer Phase einzudiffundieren, wird die restliche Probe aus der Nadel 10 gespritzt. Eine Injektion vom thermischen Desorptionstyp kann jetzt durchgeführt werden, indem das Probengefäß aus der Position unter der Nadel weitergeschaltet, und die Nadel in den Injektionseinlaß 102 des analytischen Gerätes eingeführt wird.

Alternativ kann eine direkte Injektion durchgeführt werden, indem ein Lösungsmittelgefäß 160, das ein Aufnahme-Lösungsmittel enthält, unter die Nadel 10 weitergeschaltet wird. Eine kleine Lösungsmittelmenge, die ausreicht, um die Nadel 10 zu füllen, ohne in den Vorratsbehälter 15 zu fließen, wird angesaugt. Die in der Beschichtung 30 abgelagerten, interessierenden Komponenten desorbieren in das Lösungsmittel. Da nur ein sehr kleines Volumen an Lösungsmittel in der Nadel vorhanden ist, ist die Konzentration der desorbierten interessierenden Komponenten sehr hoch. Die Nadel 10 kann erhitzt werden, um die Desorption zu unterstützen. Die Nadel 10 wird dann vollständig aus dem Lösungsmittelgefäß 160 zurückgezogen und das Lösungsmittelgefäß wird aus der Position unter der Nadel 10 weitergeschaltet. Die Nadel 10 wird dann in den Injektionseinlaß eingeführt, und der Kolben 20 wird derart betätigt, daß das Lösungsmittel, das die interessierenden Komponenten enthält, injiziert wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion interessierender Komponenten von einer flüssigen Probe (55) unter Verwendung einer Injektionsspritze (5), wobei die flüssige Probe in einem Probengefäß (50) gehalten wird und die Injektionsspritze eine hohle Nadel (10) mit einer inneren Oberfläche (25), die mit einer stationären Phase (30) beschichtet ist, aufweist, wobei das Verfahren folgende Schritte aufweist:
Einführen der Nadel (10) in das Probengefäß (50);
Ansaugen der Probe (55) in und aus der Nadel (10), derart, daß die interessierenden Komponenten die Gelegenheit haben, auf der Beschichtung (30) mit stationärer Phase adsorbiert zu werden;

Einführen der Nadel (10) in den Injektionseinlaß (40) eines chromatographischen Gerätes (101); und thermisches Desorbieren der interessierenden Komponenten in dem Injektionseinlaß (40).

2. Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion von Komponenten gemäß Anspruch 1, das ferner folgenden Schritt aufweist:

Spritzen der gesamten Probe aus der Nadel (10), nachdem die interessierenden Komponenten die Gelegenheit hatten, ein Gleichgewicht mit der Beschichtung (30) mit stationärer Phase zu erreichen, und vor der thermischen Desorption.

3. Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion von Komponenten gemäß Anspruch 1 oder 2, bei dem der Schritt des Ansaugens ferner eine schnelle Hin- und Her-Bewegung aufweist, um die Probe (55) in dem Probengefäß (50) zu mischen.

4. Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion von Komponenten gemäß einem beliebigen der Ansprüche 1 bis 3, das ferner folgenden Schritt aufweist:

Kryofokussieren der thermisch desorbierten interessierenden Komponenten in dem Injektionseinlaß (40) vor einer chromatographischen Trennung.

5. Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion interessierender Komponenten von einer flüssigen Probe (55) unter Verwendung einer Injektionsspritze (5), wobei die Probe in einem Probengefäß (50) gehalten wird, und wobei die Spritze (5) ferner einen Vorratsbehälter (15) mit einem Kolben (20), der gleitfähig innerhalb des Vorratsbehälters (15) befestigt ist, und eine hohle Nadel (10) mit einer inneren Oberfläche (25) aufweist, die sich bis zu dem Ende des Vorratsbehälters (15) erstreckt, das dem Kolben gegenüberliegt, wobei die innere Oberfläche ferner eine Beschichtung (30) mit einer stationären Phase aufweist, wobei das Verfahren folgende Schritte aufweist:

Einführen der Nadel (10) in ein Probengefäß (50);
Saugen der Probe (55) in und aus dem Vorratsbehälter (15) durch Betätigen des Kolbens (20) in einer Hin- und Her-Bewegung, derart, daß die interessierenden Komponenten die Gelegenheit haben, auf der Beschichtung (30) mit stationärer Phase adsorbiert zu werden;

Spritzen der gesamten Probe aus dem Spritzenvorratsbehälter (15);

Einführen der Nadel (10) in ein Lösungsmittelgefäß (60), das ein Lösungsmittel (65) mit einer Affinität zu den interessierenden Komponenten enthält;

Ansaugen eines Betrags an Lösungsmittel (65), der ausreichend ist, um die Beschichtung (30) mit stationärer Phase zu bedecken, indem der Kolben (20) etwas zurückgezogen wird;

Warten eines Zeitbetrags, der ausreichend ist, daß die interessierenden Komponenten in das Lösungsmittel (65) diffundieren;

Einführen der Nadel (10) in den Injektionseinlaß (40) eines chromatographischen Gerätes (101); und Injizieren der Probe, indem der Kolben (20) den ganzen Weg vorwärts gedrückt wird.

6. Verfahren zur Feststoff-Phasen-Extraktion von Komponenten gemäß Anspruch 5, bei dem der Schritt des Ansaugens ferner eine schnelle Hin- und Her-Bewegung aufweist, um die Probe (55) in dem Probengefäß (50) zu mischen.

7. Vorrichtung zum Durchführen einer Feststoff-Phasen-Extraktion einer Probe (55), die interessie-

rende Komponenten enthält, wobei die Probe (55) in einem Probengefäß (50) gehalten ist, und wobei ein Lösungsmittel (65), das die Fähigkeit aufweist, die interessierenden Komponenten herauszulösen, in einem Lösungsmittelgefäß (60) gehalten ist, wobei die Vorrichtung folgende Merkmale aufweist: eine Injektionsspritze (5), die ferner einen Vorratsbehälter (15) und einen Kolben (20), der gleitfähig innerhalb des Vorratsbehälters (15) befestigt ist, aufweist, wobei der Kolben (20) einen Handgriff (22) aufweist, der sich von einem Ende des Vorratsbehälters (15) erstreckt; eine hohle Nadel (10) mit einer inneren Oberfläche (25), die sich bis zu dem Ende des Vorratsbehälters (15) erstreckt, das dem Kolben (20) gegenüberliegt, wobei die innere Oberfläche (25) ferner eine Beschichtung (30) mit stationärer Phase aufweist; wobei die Nadel (10) in das Probengefäß (50) eingeführt wird und die Probe (55) mittels des Vor- und Zurückziehens des Handgriffs durch die Nadel (10) in und aus dem Vorratsgefäß (15) angesaugt wird, bis die interessierenden Komponenten eine Gelegenheit hatten, in die Beschichtung (30), mit stationärer Phase einzudiffundieren; wobei die Probe (55) vollständig aus dem Vorratsbehälter (15) gespritzt wird; wobei die Nadel (10) aus dem Probengefäß (50) gezogen und in ein Lösungsmittelgefäß (60) eingeführt wird, und eine kleine Lösungsmittelmenge (65), die ausreicht, um nur die Nadel (10) zu füllen, in die Spritze (5) angesaugt wird, derart, daß die interessierenden Komponenten in das Lösungsmittel (65) herausgelöst werden; und wobei das Lösungsmittel (65) danach in ein chromatographisches Gerät (101) injiziert wird.

8. Vorrichtung zum Durchführen einer Feststoff-Phasen-Extraktion einer Probe, die interessierende Komponenten enthält, gemäß Anspruch 7, bei der die Nadel (10) durch eine andere Nadel (10) mit unterschiedlichen inneren und äußeren Abmessungen ersetzt werden kann.

9. Vorrichtung zum Durchführen einer Feststoff-Phasen-Extraktion einer Probe, die interessierende Komponenten enthält, gemäß Anspruch 7 oder 8, bei der die Beschichtungsmenge (30) mit stationärer Phase modifiziert wird, um eine Flexibilität beim Durchführen von Extraktionen zu schaffen.

10. Vorrichtung zum Durchführen einer Feststoff-Phasen-Extraktion einer Probe, die interessierende Komponenten enthält, gemäß einem beliebigen der Ansprüche 7 bis 9, die ferner eine Tablettanordnung (110) aufweist, um Gefäße (50) zu halten und um die Gefäße (50) in die Position unter der Injektionsspritze (5) zu bewegen.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

55

60

65

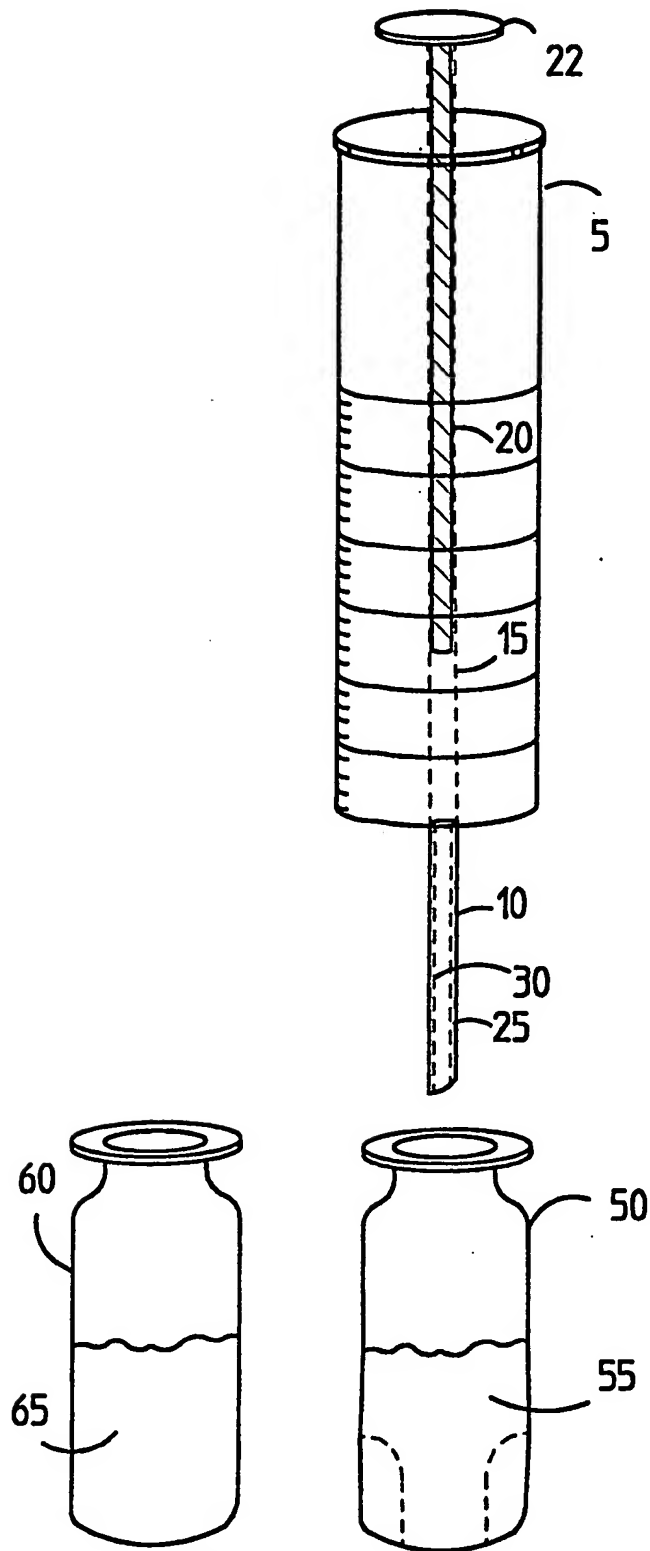


FIG 1

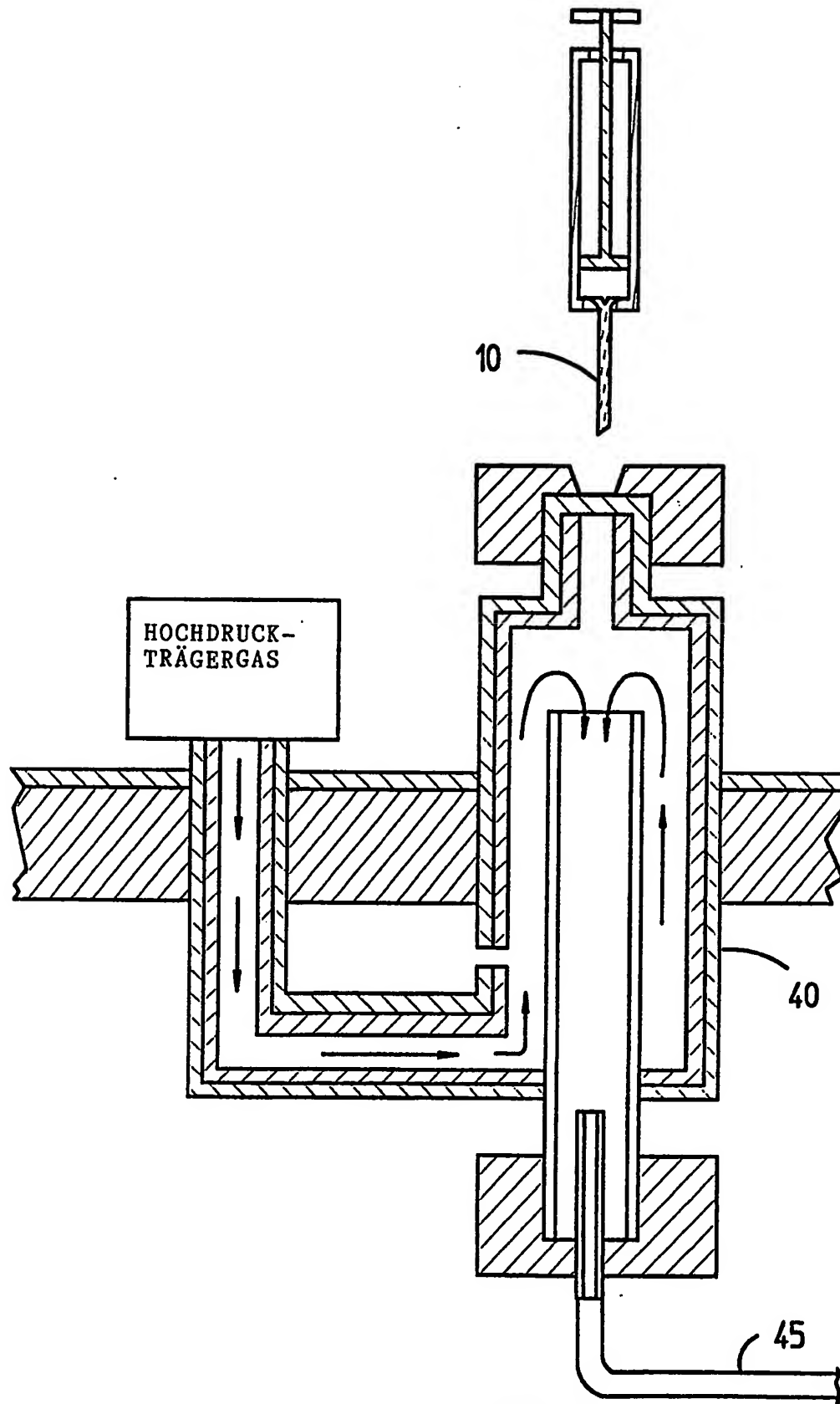


FIG 2

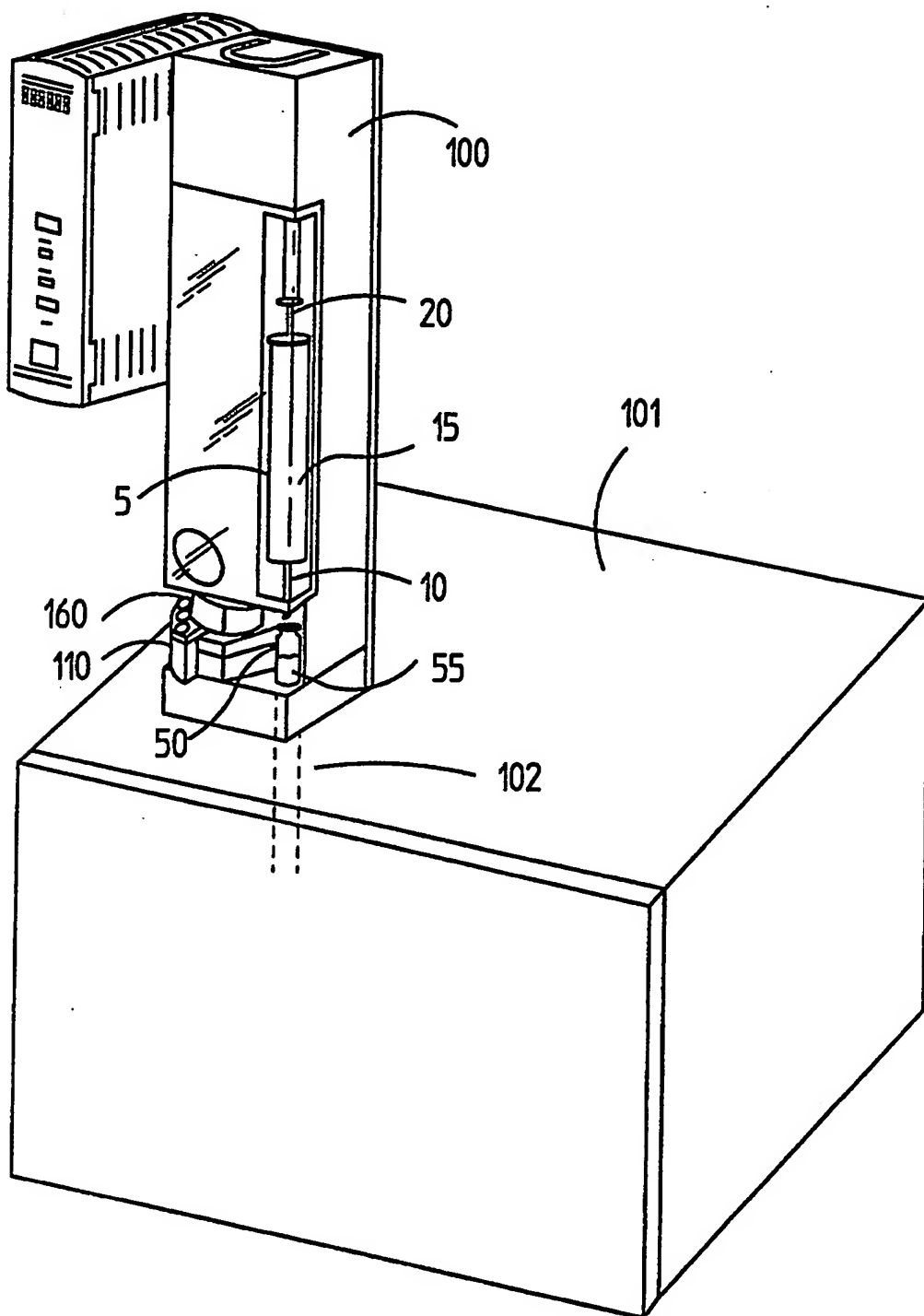


FIG 3